#### METHOD FOR PRODUCING MAGNESIUM BASE ALLOY FORMED ARTICLE

| •                   |  |                                      |
|---------------------|--|--------------------------------------|
| Pùblication number: | WO2004106576   | Also published as:                   |
| Publication date:   | 2004-12-09   | 취 EP1645651 (A1)                     |
| Inventor:           | OISHI YUKIHIRO (JP); KAWABE NOZOMU (JP)  | [] JP2004353067 (A)                  |
| Applicant:          | SUMITOMO SEI STEEL WIRE CORP (JP); OISHI YUKIHIRO (JP); KAWABE NOZOMU (JP)   | M 31 2004030001 (A)                  |
| Classification:     |  |                                      |
| - international:    | B21J5/00; B21J5/06; C22C23/02; C22C23/04; C22F1/00; C22F1/06; C22F1/00; B21J5/00; B21J5/06; C22C23/00; C22FC22F1/06; C22F1/00; | 1/00Cited documents:                 |
| - european:         |  | D JP2002371334                       |
| Application number: | WO2004JP05226 20040412   | JP2003293069                         |
| Priority number(s): | JP20030155476 20030530   | JP2004017114 JP2001071037 JP60149751 |
|                     |  | more >>                              |
|                     | R  | eport a data error here              |

#### Abstract of WO2004106576

A method for producing a magnesium base alloy formed article characterized in that it comprises preparing a material in a wire form by the drawing of a magnesium base alloy and subjecting the material in a wire form to plastic working at a temperature less than 250 DEG C. The drawing forms a finer alloy structure, which results in the improvement in the workability of the plastic working at a temperature less than 250 DEG C. The types of the plastic working include forging, swaging and bending. The method allows the production of a plastically worked article comprising a magnesium base alloy with good productivity.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

nis Page Blank (uspto)

#### (19) 世界知的所有権機関 国際事務局



# 

WO 2004/106576 A1

(43) 国際公開日 2004 年12 月9 日 (09.12.2004)

**PCT** 

# (10) 国際公開番号

(51) 国際特許分類7:

C22F 1/06

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2004/005226

(22) 国際出願日:

2004年4月12日(12.04.2004)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ: 特願2003-155476 2003年5月30日(30.05.2003)

- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友 電エスチールワイヤー株式会社 (SUMITOMO (SEI) STEEL WIRE CORP.) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹 市昆陽北一丁目 1番 1号 Hyogo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 大石幸広(OISHI, Yukihiro) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一 丁目 1番1号住友電気工業株式会社伊丹製作所 内Hyogo (JP). 河部望 (KAWABE, Nozomu) [JP/JP]; 〒 6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号住友電 気工業株式会社伊丹製作所内 Hyogo (JP).

- (74) 代理人: 山野 宏 (YAMANO, Hiroshi); 〒5320011 大阪 府大阪市淀川区西中島6丁目1番3号 アストロ新大阪 第2ビル10階 啓明特許事務所 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### 添付公開書類:

一 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING MAGNESIUM BASE ALLOY FORMED ARTICLE

(54)発明の名称:マグネシウム基合金成形体の製造方法

(57) Abstract: A method for producing a magnesium base alloy formed article characterized in that it comprises preparing a material in a wire form by the drawing of a magnesium base alloy and subjecting the material in a wire form to plastic working at a temperature less than 250°C. The drawing forms a finer alloy structure, which results in the improvement in the workability of the plastic working at a temperature less than 250°C. The types of the plastic working include forging, swaging and bending. The method allows the results in the plastic working at a temperature of a plastically worked article comprising a magnesium base alloy with good productivity.

at a temperature less than 250°C. The types of the plastic working include forging, swaging and bending. The thethou allows the production of a plastically worked article comprising a magnesium base alloy with good productivity.

(57) 要約: マグネシウム基合金からなる塑性加工成形体を生産性よく製造することができるマグネシウム基合金成形体の製造方法を提供する。引抜き加工により得られたマグネシウム基合金からなる線条体を加工温度250°C未満で成形体に塑性加工する。引抜き加工により、合金組織が微細化されることから、塑性加工において加工温度が250°C未満であっても塑性加工性を向上させることができる。塑性加工としては、鍛造加工、スウェージング加工、曲げ加工が挙げられる。



WO 2004/106576

1

#### 明細書

マグネシウム基合金成形体の製造方法

### 技術分野

本発明は、塑性加工によりマグネシウム基合金からなる成形体を製造する ための方法に関するものである。特に、塑性加工を行う際の加工温度をより 低くして生産性がよいマグネシウム基合金成形体の製造方法に関する。

#### 背景技術

15

20

10 マグネシウム基合金は、アルミニウムよりも軽く、比強度、比剛性が鋼やアルミニウムよりも優れており、航空機部品、自動車部品などの他、各種電気製品のボディなどにも広く利用されている。

しかし、Mg 及びその合金は、最密六方格子(hcp)構造であるため、延性に乏しく、塑性加工性が極めて悪いが、マグネシウム基合金は、加工の際、温度を上げることで加工性が良好となることが広く知られている。例えば、特開 2000-283134 号公報、特開 2000-343178 号公報には、マグネシウム基合金材を超塑性現象が発現する温度状態にしてネジ加工する技術が記載されている。

しかし、マグネシウム基合金材を塑性加工する場合、上記超塑性現象が生じる温度が 250℃以上という高温であるため、従来の方法では、塑性加工による成形体を生産性よく製造することができないという問題がある。

従来、マグネシウム基合金からなる成形体を得るべく塑性加工のような強加工を行う場合、加工度にもよるが概ね、被加工材であるマグネシウム基合金の押出材や圧延材を 250℃以上に加熱して加工することが必要とされる。

25 そのため、250℃以上といった高温用の加熱設備を必要とするだけでなく、塑性加工に用いられる金型、ロールなどの加工材も高温に曝されることで寿命が短くなって、コスト高をも招く。従って、250℃以上の加熱は、工業的生産において決して好ましくはない。

そこで、本発明の主目的は、マグネシウム基合金からなる塑性加工成形体を生産性よく製造することができるマグネシウム基合金成形体の製造方法を提供することにある。

### 5 発明の開示

10

15

20

25

本発明者らは、通常、塑性加工といった強加工が困難とされるマグネシウム基合金において、種々検討した結果、予め特定の引抜き加工を施したマグネシウム基合金材を用いることで、250℃未満の温度であっても、塑性加工が可能であることを見いだし、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明マグネシウム基合金成形体の製造方法は、引抜き加工により 得られたマグネシウム基合金からなる線条体を加工温度 250℃未満で成形体 に塑性加工することを特徴とする。

従来、マグネシウム基合金材を塑性加工して成形体を得る場合、被加工材として、押出材や圧延材が用いられていた。しかし、押出材や圧延材では、塑性加工を行う際、250℃以上に加熱しなければならず、加工温度の低下が強く望まれていた。そこで、本発明は、押出材や圧延材ではなく、引抜き加工により得られた線条体を用いることで、加工温度の低下、即ち、250℃未満、特に200℃以下での塑性加工を実現する。このように本発明では、引抜き加工された線条体を用いることで、塑性加工を行う際の加工温度を250℃未満とすることができ、従来のような高温用の加熱手段が不要であり、塑性加工に用いられる金型やロールなどの加工材の寿命も長くすることができ、生産性を向上することができる。以下、本発明をより詳しく説明する。

本発明において、マグネシウム基合金からなる線条体としては、ワイヤ(線 状体)、棒状体、パイプなどが挙げられる。断面は、円形状でもよいし、矩形 や楕円状などの非円形状、即ち異形でもよい。

本発明において引抜き加工は、例えば、ワイヤや棒状体を得る場合、加工温度への昇温速度:1 $^{\circ}$ / $^{$ 

10

15

20

25

上、線速:1m/sec 以上で押出材又は圧延材を引き抜くことが挙げられる。例えば、パイプを得る場合、引抜き温度:50℃以上300℃以下(より好ましくは100℃以上200℃以下、さらに好ましくは100℃以上150℃以下)、加工度:引抜き加工1回に対して5%以上(より好ましくは10%以上、特に好ましくは20%以上)、引抜き温度への昇温速度:1℃/sec~100℃/sec、引抜速度:1m/sec以上で押出材又は圧延材を引き抜くことが挙げられる。このような特定の引抜き加工を行うことで、合金組織を微細化、具体的には、平均結晶粒径10μm以下とすることができる。そして、本発明は、上記合金組成の微細化により、加熱温度を250℃未満としても塑性加工性を向上させることができ、所望の成形体を得ることが可能である。また、引抜き加工後、得られた線条体に100℃以上300℃以下、より好ましくは150℃以上300℃以下の温度に加熱してもよい。この加熱焼鈍は、引抜き加工で導入された歪みの回復、及び再結晶の促進による結晶粒の更なる微細化に有効である。この加熱温度の保持時間は5~20分程度が好ましい。

本発明において塑性加工としては、例えば、鍛造加工、スウェージング加工、曲げ加工などが挙げられる。塑性加工として鍛造加工を行う場合、次の温度条件が適する。即ち、圧下率を $r_1$ %、加工温度をTCとするとき、Tが、 $3r_1+150>T\geq 3r_1+10$ (但し、 $20\%\leq r_1<80\%$ 、T<250C)を満たすものとする。例えば、圧下率 $r_1=20$ (%)の場合、加熱温度T(C)は、250C未満、特にT0C以上 210C未満とすることができる。引抜き加工を施していない押出材や圧延材に圧下率 20%の鍛造加工を行う場合、210C以上の高温に加熱しなければ、割れなどが生じて鍛造加工を行うことができず、その反面、上記のような高温にすると金型やロールなどの加工材の寿命が短くなる。これに対し、本発明は、引抜き材を用いることで、合金組織の微細効果により、圧下率 20%の鍛造加工を行う際の加熱温度を 210C未満とすることができ、金型やロールなどの加工材の寿命をより長くすることができる。圧下率T1が 33%超の加工を行う場合、加熱温度の下限は、上記 3T1+10 で求められる値とし、加熱温度の上限は、金型やロールなどの寿命を考慮して、250C未満とする。従っ

10

15

20

25

て、本発明では、工業的に有効な加工である圧下率が 40%を超える塑性加工を行う場合において、加工温度が 250℃未満であっても、十分に鍛造加工を行うことができる。圧下率が 80%以上の強加工では、250℃以上の加熱が望まれる。

塑性加工としてスウェージング加工を行う場合、次の温度条件が適する。即ち、断面減少率を $r_2$ %、加工温度をTCとするとき、Tが、 $3r_2+150>T \ge 3r_2-30$  (但し、 $20\% \le r_2 \le 80\%$ 、T < 250C)を満たすものとする。例えば、断面減少率 $r_2=20\%$ の場合、加熱温度T(C)は、250C未満、特に 30C以上 210C 未満とすることができる。従って、断面減少率を 20%とする場合、引抜き加工を施していない押出材や圧延材を用い、210C以上の加熱が必要とされる従来の方法と比較して、合金組織が微細である引抜き材を用いる本発明は、金型などの加工材の寿命をより延長することができる。断面減少率  $r_2$ を 33%超とする場合、加熱温度の下限は、上記  $3r_2-30$  で求められる値とし、加熱温度の上限は、金型などの寿命を考慮して、250C未満とする。合金組織が微細である引抜き材を用いる本発明では、工業的に有効な加工とされる断面減少率 40%超の加工において、250C未満の加工温度でスウェージング加工が可能である。断面減少率が 80%を超えるような強加工では、250C以上の加熱が望まれる。

塑性加工として、曲げ加工を行う場合、次の温度条件が適する。即ち、曲げる際の線条体の厚みを t mm、曲げ半径を R mm、加工温度を T  $\mathbb{C}$ とするとき、T が、(1)  $0.1 \le R/t \le 1.0$  のとき、 $250 > T \ge 250 - 250R/t$ 、(2)  $1.0 < R/t \le 1.9$  のとき、 $500 - 250R/t \ge T > 0$ 、(3)  $1.9 < R/t \le 2.0$  のとき、 $25 \ge T > 0$  を満たすものとする。例えば、曲げ半径 R と線条体の厚み t との比 R/t が 1.0 < 1.9 の場合、加熱温度 T( $\mathbb{C}$ ) は、 $250 \mathbb{C}$  未満、特に、上限を 500 - 250R/t 以下とすることができる。即ち、後述する試験結果からわかるように  $100 \mathbb{C}$  未満、更に室温程度(例えば、 $20 \mathbb{C}$ ) とすることができる。また、R/t が 1.9 < 2.0 の場合、加熱温度 T( $\mathbb{C}$ ) を  $25 \mathbb{C}$  以下とすることができる。引抜き加工が施されていない押出材や圧延材を用いる従来の方法では、R/t が 1.0 < 2.0 の曲げ加工、特

WO 2004/106576 PCT/JP2004/005226

に、 $1.5\sim1.0$  程度の曲げ加工を行う場合、加熱が必要である。これに対し、本発明は、引抜き材を用いることで微細な結晶粒の効果により、R/t が  $1.0\sim2.0$  の曲げ加工において、加熱を行わなくても十分に曲げ加工を行うことができ、加熱用設備を不要とすることもできる。また、加熱を行わないことにより、金型などの加工材の寿命の延命化を図ることができる。一方、R/t が 1.0 未満の強加工の場合、加熱温度の下限は、上記 250-250R/t で求められる値とし、加熱温度の上限は、金型などの寿命を考慮して、250 で未満とする。押出材を用いた従来の方法では、R/t が 1.2 以下の強加工では、200 で以上の加熱が必要であり、特に、R/t が 1.0 以下の強加工では、250 で以上の加熱が必要である。これに対し、本発明では、合金組織が微細である引抜き材を用いることで、R/t が  $0.1\sim1.0$  といった強加工であっても、加工温度が 250 で未満で十分に曲げ加工を行うことができる。

5

10

15

20

25

上記線条体の厚みは、例えば、線条体がワイヤ(線状体)や、棒状体で断面 形状が円形状である場合:直径、線条体がワイヤや、棒状体で断面形状が矩 形状の場合:厚さ、線条体がパイプの場合:外径と内径との差が挙げられる。

なお、R/t が 2.0 超では、曲げ加工の程度が低く、押出材や圧延材でも常温で加工を行うことができるため、本発明では規定していない。また、R/t が 0.1 未満の強加工では、225 $\heartsuit$ 超の加熱が望まれるため、金型などの加工材の寿命を考慮して、本発明では規定しない。

本発明は、合金組成によらず、室温程度(例えば、20℃)での加工性に乏しい hcp 構造を有するマグネシウム基合金において有効である。例えば、鋳造用マグネシウム基合金や展伸用マグネシウム基合金を利用することができる。具体的には、AIを 0.1 重量%以上 12 重量%以下含有するものや、Zn:0.1 重量%以上 10 重量%以下及び Zr:0.1 重量%以上 2.0 重量%を含有するものが挙げられる。AIを含有する場合、更に、Mn:0.1 重量%以上 2.0 重量%以下、Zn:0.1 重量%以上 5.0 重量%以下 なり選択された 1 種以上を含有するものが挙げられる。上記合金組成として代表的な ASTM 記号における AZ系、AS系、AM系、ZK系などが利用できる。

10

15

20

25

AI の含有量として、重量%で 0.1~2.0%未満のものと、2.0 超~12:0%のものとを区別してもよい。上記化学成分の他には Mg 及び不純物が含まれる合金として利用されることが一般的である。不純物には、Fe、Si、Cu、Ni、Ca などが挙げられる。

AZ 系において Al の含有量が 2.0~12.0 重量%となるものとして、例えば、AZ31、AZ61、AZ91 などが挙げられる。AZ31 は、例えば、重量%で Al: 2.5~3.5%、Zn: 0.5~1.5%、Mn: 0.15~0.5%、Cu: 0.05%以下、Si: 0.1%以下、Ca: 0.04%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ61 は、例えば、重量%で Al: 5.5~7.2%、Zn: 0.4~1.5%、Mn: 0.15~0.35%、Ni: 0.05%以下、Si: 0.1%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ91 は例えば、重量%で Al: 8.1~9.7%、Zn: 0.35~1.0%、Mn: 0.13%以上、Cu: 0.1%以下、Ni: 0.03%以下、Si: 0.5%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ 91 は例えば、AZ10、AZ21 などが挙げられる。AZ10 は、例えば、重量%で Al: 1.0~1.5%、Zn: 0.2~0.6%、Mn: 0.2%以上、Cu: 0.1%以下、Si: 0.1%以下、Ca: 0.4%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ21 は、例えば、重量%で Al: 1.4~2.6%、Zn: 0.5~1.5%、Mn: 0.15~0.35%、Ni: 0.03%以下、Si: 0.1%以下、Ca: 0.1%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ21 は、例えば、重量%で Al: 1.4~2.6%、Zn: 0.5~1.5%、Mn: 0.15~0.35%、Ni: 0.03%以下、Si: 0.1%以下を含有するマグネシウム基合金である。

AS 系において Al の含有量が 2.0~12.0 重量%となるものとして、例えば、AS41 などが挙げられる。AS41 は、例えば、重量%で Al:3.7~4.8%、Zn:0.1%以下、Cu:0.15%以下、Mn:0.35~0.60%、Ni:0.001%以下、Si:0.6~1.4%を含有するマグネシウム基合金である。AS 系において Al の含有量が0.1~2.0 重量%未満となるものとして AS21 などが挙げられる。AS21 は、例えば、重量%で Al:1.4~2.6%、Zn:0.1%以下、Cu:0.15%以下、Mn:0.35~0.60%、Ni:0.001%、Si:0.6~1.4%を含有するマグネシウム基合金である。

AM 系では、例えば、AM60、AM100 などが挙げられる。AM60 は、例えば、重量%で Al:5.5~6.5%、Zn:0.22%以下、Cu:0.35%以下、Mn:0.13%以上、

Ni:0.03%以下、Si:0.5%以下を含有するマグネシウム基合金である。AM100は、例えば、重量%で Al:9.3~10.7%、Zn:0.3%以下、Cu:0.1%以下、 $Mn:0.1\sim0.35\%$ 、Ni:0.01%以下、Si:0.3%以下を含有するマグネシウム基合金である。

5 ZK 系では、例えば、ZK40、ZK60 などが挙げられる。ZK40 は、例えば、重量%で Zn:3.5~4.5%、Zr:0.45%以上を含有するマグネシウム基合金である。ZK60 は、例えば、重量%で Zn:4.8~6.2%、Zr:0.45%以上を含有するマグネシウム基合金である。

マグネシウム単体では十分な強度を得ることが難しいが、上記の化学成分 を含むことで好ましい強度が得られる。

本発明は、線条体を塑性加工することにより得られる成形体、例えば、眼鏡フレームや携帯電子機器などの補強用のフレーム、またネジなどの製造に 適用することができる。

## 15 図面の簡単な説明

第1図は、種々の温度において、圧下率を変化させて鍛造加工を行った際に鍛造加工が可能であるかを示すグラフであり、第1図(a)は引抜き材、第1図(b)は押出材を示す、

第2図は、種々の温度において、断面減少率を変化させてスウェージング 加工を行った際にスウェージング加工が可能であるかを示すグラフであり、 第2図(a)は引抜き材、第2図(b)は押出材を示す、

第3図は、種々の温度において、曲げ半径 R と被加工材の厚さ t との比 R/t を変化させて曲げ加工を行った際に曲げ加工が可能であるかを示すグラフであり、第3図(a)は引抜き材、第3図(b)は圧延材を示す。

25

10

# 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施の形態を説明する。

(実施例1)

10

15

20

25

重量%で、A1:3.0%、Zn:1.0%、Mn:0.15%を含み、残部がMg 及び不純物からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 AZ31 相当材)の押出材(Φ4.0mm、Φ3.0mm)を準備した。Φ4.0mmの押出材は、約160℃の温度、及び1パス当りの断面減少率:20%以下の加工度でΦ3.0mm まで引抜き加工を施した(160℃への昇温速度:約10℃/sec、線速:16m/sec)。また、引抜き加工後350℃×15min の熱処理を施し、引抜き加工時の歪み除去、再結晶による組織の均一微細化を行った。

得られた $\phi$ 3.0mm 引抜き材、及び引抜き加工を行っていない $\phi$ 3.0mm の押出材を長さ 3mm に切断し、試験片とした。これら試験片に種々の圧下率にて線軸方向に鍛造加工を施した。このとき、100  $\mathbb{C}$   $\sim$  250  $\mathbb{C}$  の範囲で種々の温度に各試験片を加熱して鍛造加工を行った。そして、鍛造加工が可能であるかを調べた。その結果を第1図に示す。第1図において、〇は鍛造加工が可能であったもの、 $\times$  は割れなどが生じて鍛造加工ができなかったもの、 $\triangle$  は鍛造加工が可能であったが加熱温度が高く、金型の寿命の点で問題があるものを示す。また、第1図において数式(1)は  $T=3r_1+150$ 、数式(2)は  $T=3r_1+10$ を示す。数式(1)、(2)において、T は加熱温度、 $r_1$  は圧下率である。

第1図(a)に示すように引抜き材に鍛造加工を行う場合は、圧下率  $r_1(%)$ に対し、 $T \ge 3r_1 + 10$  を満たす温度 T<sup>C</sup> に加熱することで鍛造加工が可能であった。即ち、引抜き材を用いた場合、250<sup>C</sup> 未満の加熱であっても、十分に鍛造加工を行うことができることがわかる。特に、圧下率が  $20 \sim 30\%$ 程度のものは、 $T < 3r_1 + 150$  を満たす温度においても十分に鍛造加工を行うことができた。なお、250<sup>C</sup> に加熱した場合は、 $20 \sim 80\%$  のいずれの圧下率においても鍛造加工を行うことができたが、金型の寿命を考慮すると、250<sup>C</sup> 未満の加熱による加工が望まれる。

これに対し、第 1 図 (b) に示すように引抜き加工を行っていない押出材に鍛造加工を行う場合は、圧下率  $r_1$ (%) に対し、 $T \ge 3r_1 + 150$  を満たす加熱を行わなければ、加工することができなかった。特に、工業的に有効な加工である圧下率 40% 超の鍛造加工の場合、250% 以上の加熱を行わなければならな

いことがわかる。

5

15

20

25

組成の異なるマグネシウム基合金において同様の試験を行った。即ち、押出材に上記引抜き加工を施した後、熱処理を行った引抜き材に、種々の圧下率で、かつ 100~250℃の範囲の種々の温度で線軸方向に鍛造加工を行った。以下に、試験を行ったマグネシウム基合金の組成を示す。

重量%で Al:1.2%、Zn:0.4%、Mn:0.3%を含み、残部が Mg および不純物からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 AZ10 相当材)

重量%で Al: 6.4%、Zn: 1.0%、Mn: 0.28%を含み、残部が Mg および不 純物からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 AZ61 相当材).

重量%でAl:9.0%、Zn:0.7%、Mn:0.1%を含み、残部が Mg および不純物からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 AZ91 相当材)

重量%で Al:1.9%、Mn:0.45%、Si:1.0%を含み、残部が Mg と不純物 からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 AS21 相当材)

重量%で Al: 4.2%、Mn: 0.50%、Si: 1.1%を含み、残部が Mg と不純物 からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 AS41 相当材)

重量%で Al: 6.1%、Mn: 0.44%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 AM60 相当材)

重量%で Zn:5.5%、Zr:0.45%を含み、残部が Mg および不純物からなるマグネシウム基合金(ASTM 記号 ZK60 相当材)

すると、いずれの試料も、圧下率 r₁(%)に対し、T≥3r₁+10 を満たす温度 T℃に加熱することで鍛造加工を行うことができ、250℃未満の加熱であっても、十分に加工することができた。

### (実施例 2)

実施例 1 と同様の引抜き条件にて作製した $\phi$ 3.0mm の引抜き材(ASTM 記号 AZ31 相当材)、及び引抜き加工を行っていない $\phi$ 3.0mm の押出材(ASTM 記号 AZ31 相当材)に対して、スウェージング加工を行った。スウェージング加工は、100  $\sim$  250  $\sim$   $\infty$  の範囲で種々の温度に各試験材を加熱し、 $\phi$ 2.7mm(断面減少率 19%)、 $\phi$ 2.4mm(同 36%)、 $\phi$ 2.3mm(同 41.2%)、 $\phi$ 2.1mm(同 51%)、 $\phi$ 

10

15

20

25

1.9mm (同 59.9%)、 $\phi 1.6mm$  (同 71.6%)、 $\phi 1.4mm$  (同 78.2%) の 7 種の径となるように断面減少率を変化させて行った。そして、スウェージング加工が可能であるかを調べた。その結果を第 2 図に示す。第 2 図において、〇はスウェージング加工が可能であったもの、 $\times$  は割れなどが生じてスウェージング加工できなかったもの、 $\triangle$ はスウェージング加工が可能であったが加熱温度が高く、金型の寿命の点で問題があるものを示す。また、第 2 図において数式(3) は  $T=3r_2+150$ 、数式(4) は  $T=3r_2-30$  を示す。数式(3)、(4) において、T は加熱温度、r,は断面減少率である。

第2図(a)に示すように引抜き材にスウェージング加工を行う場合は、断面減少率  $r_2(%)$ に対し、 $T \ge 3r_2 - 30$  を満たす温度 TCに加熱することでスウェージング加工が可能であった。即ち、引抜き材を用いた場合、250C未満の加熱であっても、十分にスウェージング加工を行うことができることがわかる。特に断面減少率が  $20\sim30\%$ 程度のものは、 $T<3r_2+150$  を満たす温度においても十分に加工することができた。なお、250Cに加熱した場合は、 $20\sim80\%$ のいずれの断面減少率においてもスウェージング加工を行うことができたが、 金型の寿命を考慮すると、250C未満の加熱による加工が望まれる。

これに対し、第2図(b)に示すように引抜き加工を行っていない押出材にスウェージング加工を行う場合は、断面減少率  $r_2$ が  $20\sim30\%程度であっても、 <math>T \ge 3r_2 + 150$  を満たす温度  $T^{\circ}$  に加熱しなければ、加工することができなかった。特に、断面減少率 40%以上では、 $250^{\circ}$  以上の加熱を行わなければスウェージング加工を行うことができなかった。

組成の異なるマグネシウム基合金において同様の試験を行った。即ち、押出材に実施例1と同様の引抜き加工を施した後、熱処理を行った引抜き材に、上記7種の径となるように種々の断面減少率で、かつ100~250℃の範囲の種々の温度でスウェージング加工を行った。マグネシウム基合金は、上記に示す成分と同様のAZ10相当材、AZ61相当材、AZ91相当材、AS21相当材、AS41相当材、AM60相当材、ZK60相当材を用いた。

試験の結果、いずれの試料も、断面減少率  $r_{2}(\%)$ に対し、 $T \ge 3r_{2} - 30$  を満

たす温度 T℃に加熱することでスウェージング加工を行うことができ、250℃ 未満の加熱であっても、十分に加工することができた。

#### (実施例3)

5

10

15

20

25

実施例 1 と同様の引抜き条件にて作製した  $\phi$  3.0mm の引抜き材 (ASTM 記号 AZ31 相当材) に更に引抜き加工を行い (温度 160  $\mathbb{C}$  、1 パス当りの断面減少率: 約 15  $\sim$  18 %、160  $\mathbb{C}$  への昇温速度: 約 10  $\mathbb{C}$  /sec、線速: 20 m/sec)、断面形状が矩形 (厚さ t 1 mm  $\times$  幅 3 mm) の線材を得た。この線材に 350  $\mathbb{C}$   $\times$  15 m in の熱処理を施し、試験片を得た。また、実施例 1 で用いたものと同様の成分 (ASTM 記号 AZ31 相当材) で厚さ t 1 mm の圧延材を用意し、幅 3 mm に切り出して試験片とした。

得られた厚さ t  $1 \text{mm} \times \text{in} 3 \text{mm}$  の引抜き材、及び厚さ t  $1 \text{mm} \times \text{in} 3 \text{mm}$  の圧延材の各試験片に種々の曲げ半径 R で曲げ加工を行った。曲げ加工は、 $20 \sim 250 \sim \infty$  の範囲で種々の温度に各試験片を加熱して行った。そして、曲げ加工が可能であるかを調べた。その結果を第3図に示す。第3図において、〇は曲げ加工が可能であったもの、 $\times$  は割れなどが生じて曲げ加工できなかったもの、 $\triangle$  は曲げ加工が可能であったが加熱温度が高く、金型の寿命の点で問題があるものを示す。また、第3図において、数式(5)は T = -250 R/t + 250、数式(6)は T = -250 R/t + 500を示す。数式(5)、(6)において T は加熱温度、R は曲げ半径、t は試験片の厚さである。

第3図(a)に示すように引抜き材に曲げ加工を行う場合は、曲げ半径 R(nm) と試験片の厚さ t(nm) との比 R/t が  $0.1 \le R/t \le 1.0$  を満たすとき、 $T \ge -250R/t$  +250 を満たす温度 T に加熱することで曲げ加工が可能であった。特に R/t が 1.0 超 2.0 未満の場合、 T < -250R/t +500 の温度、具体的には、室温程度である 20 であっても、十分に曲げ加工を行うことができた。また、 R/t が 2.0 のときも 20 において十分に曲げ加工を行うことができた。即ち、引抜き材を用いた場合、250 においてもができることがわかる。なお、250 に加熱した場合は、 $0.1 \sim 2.0$  のいずれの R/t においても曲げ加工を行うことができたが、金型の寿命を考慮すると、

10

15

25

250℃未満の加熱による加工が望まれる。

組成の異なるマグネシウム基合金において同様の試験を行った。即ち、押出材に実施例1と同様の引抜き加工を施し、更に断面矩形状に引抜き加工してから熱処理を行った引抜き材に、R/t が 0.1~2.0 となるように種々の曲げ半径で、かつ 20~250℃の範囲の種々の温度で曲げ加工を行った。マグネシウム基合金は、上記に示す成分と同様の AZ10 相当材、AZ61 相当材、AZ91 相当材、AS21 相当材、AS41 相当材、AM60 相当材、ZK60 相当材を用いた。

試験の結果、いずれの試料も、 $0.1 \le R/t \le 1.0$  のとき、 $T \ge -250R/t + 250$  を満たす温度  $T^{\mathbb{C}}$ に加熱することで十分に曲げ加工を行うことができた。また、 $1.0 < R/t \le 1.9$  のときには、温度  $T(^{\mathbb{C}})$  が-250R/t + 500 よりも小さい温度、R/t が 1.0 以上のときには室温程度である  $20^{\mathbb{C}}$ であっても、十分に曲げ加工を行うことができた。このようにいずれの試料も、 $250^{\mathbb{C}}$ 未満の加熱であっても、十分に曲げ加工することができた。

### 20 産業上の利用可能性

以上、説明したように本発明マグネシウム基合金成形体の製造方法によれば、引抜き加工により得られた線条体を用いることで、250℃未満の加工温度で塑性加工することができるという優れた効果を奏し得る。従って、本発明は、押出材や圧延材にそのまま塑性加工を行う従来のように、塑性加工の際、250℃以上といった高温にする必要が無いので、金型やロールなどの加工材の寿命を長くすることができ、マグネシウム基合金の成形体を生産性よく得ることができる。

#### 請求の範囲

- 1. 引抜き加工により得られたマグネシウム基合金からなる線条体を加工温度 250℃未満で成形体に塑性加工することを特徴とするマグネシウム基合金成形体の製造方法。
- 5 2. 引抜き加工により得られたマグネシウム基合金からなる線条体を以下の条件を満たす加工温度 T℃で成形体に鍛造加工することを特徴とするマグネシウム基合金成形体の製造方法。

圧下率を r<sub>1</sub>%、加工温度を T℃とするとき、T は、

 $3r_1 + 150 > T \ge 3r_1 + 10$ 

10 但し、20%≦r₁<80%、T<250℃ を満たす。

- 3. 引抜き加工により得られたマグネシウム基合金からなる線条体を以下の条件を満たす加工温度 T℃で成形体にスウェージング加工することを特徴とするマグネシウム基合金成形体の製造方法。
- 15 断面減少率を r<sub>2</sub>%、加工温度を T℃としたとき、T は、

 $3r, +150 > T \ge 3r, -30$ 

但し、20%≦r,≦80%、T<250℃

を満たす。

4. 引抜き加工により得られたマグネシウム基合金からなる線条体を以20 下の条件を満たす加工温度 T℃で成形体に曲げ加工することを特徴とするマグネシウム基合金成形体の製造方法。

曲げる際の線条体の厚みを t mm、曲げ半径を R mm、加工温度を T℃としたとき、T は、

- $0.1 \le R/t \le 1.0$  のとき、250>T\ge 250-250R/t
- 1.0<R/t $\le$ 1.9 のとき、500-250R/t $\ge$ T>0
- 1.9<R/t≤2.0 のとき、25≥T>0

を満たす。

25

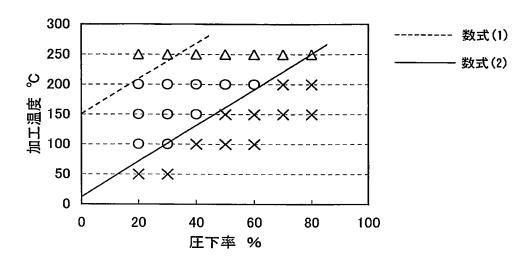
5. マグネシウム基合金は、AIを 0.1~12 重量%含むことを特徴とする

請求の範囲第1項~第4項のいずれかに記載のマグネシウム基合金成形体の 製造方法。

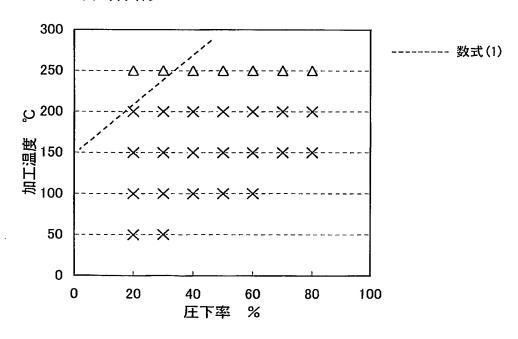
- 6. 更に、重量%でMn: 0.1~2.0%、Zn: 0.1~5.0%、Si: 0.1~5.0% より選択された1種以上を含有することを特徴とする請求の範囲第5項記載のマグネシウム基合金成形体の製造方法。
- 7. マグネシウム基合金は、重量%で Zn:0.1~10%、Zr:0.1~2.0% を含むことを特徴とする請求の範囲第1項~第4項のいずれかに記載のマグネシウム基合金成形体の製造方法。

Fig. 1

# (a) 引抜き材



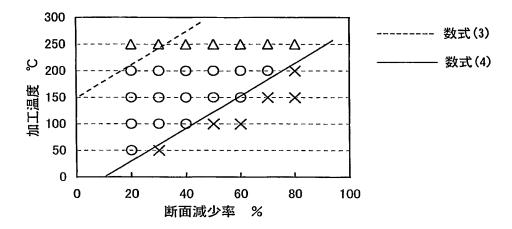
(b) 押出材



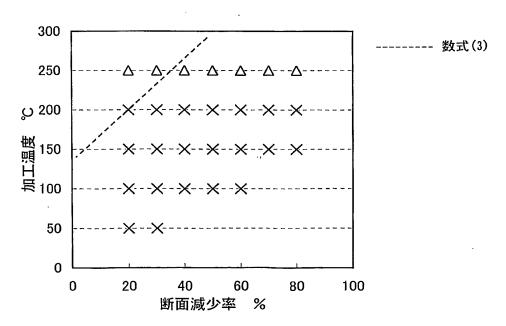
2/3

Fig. 2

# (a) 引抜き材



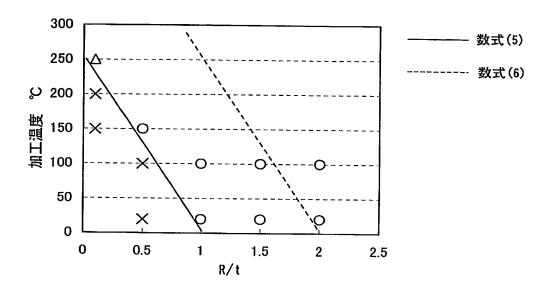
# (b) 押出材



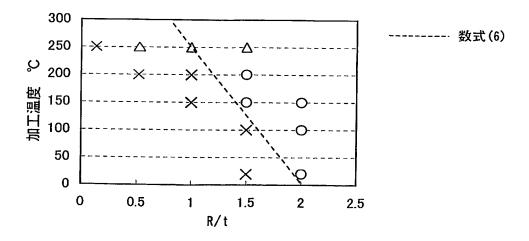
3/3

Fig. 3

# (a) 引抜き材



# (b) 押出材



### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2004/005226

| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl <sup>7</sup> C22F1/06  |   |  |   |
|---|---|--|---|
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC   |   |  |   |
|   |   | Classification and II C  | <u> </u>  |
| B. FIELDS SE. Minimum docum   | entation searched (classification system followed by cla                  | ssification symbols)   |   |
| Int.Cl7   | C22C23/00-23/06, 45/00-45/10,   | C22F1/06, B21C1/00-19  | /00   |
|   | .•  | •  |   |
|   | earched other than minimum documentation to the exter                     | at that such documents are included in the   | fields cearched   |
| Jitsuyo   | Shinan Koho 1922–1996 To  | roku Jitsuyo Shinan Koho   | 1994-2004   |
| Kokai Ji  | tsuyo Shinan Koho 1971-2004 Ji  | tsuyo Shinan Toroku Koho   | 1996-2004   |
|   | ase consulted during the international search (name of d                  | ata base and, where practicable, search te   | rms used)   |
| JICST   |   | •  |   |
| C DOCUMEN   | ITS CONSIDERED TO BE RELEVANT   |  |   |
|   |   |  | Relevant to claim No.                                     |
| Category*   | Citation of document, with indication, where app                          |  | 1-7   |
| . X   | <pre>JP 2002-371334 A (Daido Stee<br/>26 December, 2002 (26.12.02),</pre> |  | 1- !  |
|   | Claims; column 1, lines 22 to   |  |   |
| ٠   | lines 47 to 50; column 3, lin<br>column 6, lines 30 to 35                 | es 26 to 32;   |   |
|   | (Family: none)  |  |   |
| X   | OISHI et al., "Kokyodo Magnes   | ium Gokin Wire   | 1-7   |
|   | no Kaihatsu", SEI Technical R   | eview, 2003  |   |
|   | February, No.162, pages 57 to   | 61   |   |
| P,X   | JP 2003-293069 A (Sumitomo De   | enko Steel Wire  | 1-7   |
|   | Kabushiki Kaisha),<br>15 October, 2003 (15.10.03),                        |  |   |
|   | Claims; column 37, line 38 to   | column 38, line 30   |   |
|   | & WO 2002/99148 A1  |  |   |
|   |   |  |   |
|   |   |  |   |
|   | ocuments are listed in the continuation of Box C.                         | See patent family annex.   |   |
| * Special categories of cited documents:  "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention |   |  | ation but cited to understand                             |
| filing date considered novel or canno   |   | "X" document of particular relevance; the considered novel or cannot be considered.  | claimed invention cannot be dered to involve an inventive |
| "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is step when  |   | step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the comparts of th |   |
| special reason (as specified)   |   | considered to involve an inventive combined with one or more other such  | step when the document is                                 |
| "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than   |   | being obvious to a person skilled in the   | eart  |
| the priority date claimed "&" document member of the same patent family   |   |  |   |
| Date of the actual completion of the international search  14 July, 2004 (14.07.04)  Date of mailing of the international search report  27 July, 2004 (27.07.04)   |   | ch report  |   |
| 14 July   | y, 2004 (14.07.04)  | 21 σαι <b>ς,</b> 2004 (27.0  | ) / · U4 )  |
| Name and mailin   | ng address of the ISA/  | Authorized officer   | -   |
| Japanese Patent Office  |   |  |   |
| Facsimile No  |   | Telephone No.  |   |

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2004/005226

|   |   | PCT/JP2      | 004/005226            |  |
|---|---|--------------|-----------------------|--|
| C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT |   |              |                       |  |
| Category*   | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant   | ant passages | Relevant to claim No. |  |
| P,X   | JP 2004-17114 A (Daido Steel Co., Ltd.), 22 January, 2004 (22.01.04), Claims; page 4, lines 18 to 20 (Family: none)   |              | 1-7                   |  |
| A   | JP 2001-071037 A (Matsushita Electric Inco., Ltd.),<br>21 March, 2001 (21.03.01),<br>Column 5, line 2 to column 6, line 26<br>(Family: none)  | dustrial     | 4                     |  |
| A   | JP 60-149751 A (ITT Industries Inc.), 07 August, 1985 (07.08.85), Page 3, upper left column, line 8 to upperight column, line 14; page 7, upper left column, lines 4 to 11 & BR 8404599 A & AU 8433100 A & EP 139168 A Page 4, line 30 to page 6, line 1; page 1 line 25 to page 17, line 6 |              | 2,3                   |  |
|   | ·   |              |                       |  |
|   |   |              | ·                     |  |
|   |   |              |                       |  |
|   |   |              | ·                     |  |

#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/005226

<on the Subject of the Search>

Claims 1 to 7 involve all types of "drawing". But, only "the specific drawing" described in page 2, line 7 in the specification, that is, the specific "drawing" described in page 2, line 26 to page 3, line 14 in the specification is disclosed in the meaning of PCT Article, and therefore, claims 1 to 7 lack the support in the meaning of PCT Article 6.

Accordingly, the search has been carried out with respect to the range supported by and disclosed in the specification, that is, the specific "drawing" described in page 2, line 26 to page 3, line 14 in the specification.

|  |  |   | 04/003226   |
|--|--|---|---|
| A. 発明の   | 属する分野の分類(国際特許分類(IPC))  |   |   |
| In   | t. Cl <sup>7</sup> C22F1/06  |   |   |
| B. 調査を   |  |   | <del> </del>  |
| 調査を行った   | 最小限資料(国際特許分類(IPC))   |   |   |
| In   | t. C1 <sup>7</sup> C22C23/00-23/06,<br>C22F1/06, B21C1/0   | 45/00-45/10,<br>00-19/00  |   |
| 最小限資料以   | 外の資料で調査を行った分野に含まれるもの   |   |   |
|  | 1実用新案公報     1922-1996年       1公開実用新案公報     1971-2004年  | ·   |   |
| 日本国  | 登録実用新案公報   |   |   |
|  | 用した電子データベース(データベースの名称、   | 細水には中した中部   |   |
| JICST  | 10に置う グラス () グベースの名称、  | 、神重に使用した用語)。  |   |
|  |  | •   |   |
| C. 関連する  | ると認められる文献  |   |   |
| 引用文献の<br>カテゴリー*  | 引用文献名 及び一部の箇所が関連する   | ときは、その関連する箇所の表示   | 関連する<br>請求の範囲の番号  |
| X  | JP 2002-371334 A(大同特殊鋼株式会  | 会社) 2002.12.26 特許請求の節   | 1-7   |
|  | 囲 第1欄第22-30行、第2欄第47-50行<br>  5行(ファミリーなし)   | <b>5 第3欄第26-32行 第6欄第30-3</b>  |   |
| X  | 大石ら"高強度マグネシウム合金ワイ  | ′ヤの開発″ SEIテクニカルレビ ↓   | 1 – 7   |
| Р, Х   | ユー 2003年2月 第162号 P.57-61   |   |   |
| r, A   | JP 2003-293069 A(住友電エスチール<br>  5 特許請求の範囲 第37欄第38行〜第  | ンワイヤー株式会社)2003.10.1<br>第38欄第30行&WO 2002/99148 A   | 1-7   |
| Р, Х   | JP 2004-17114 A(大同特殊鋼株式会社)<br>囲 第4頁第18-20行(ファミリーなし   | 社)2004.01.22 特許請求の範<br>ノ)   | 1-7   |
| X C欄の続き  | きにも文献が列挙されている。   |   | 紙を参照。   |
| もの<br>「E」国際出版<br>以後に2<br>「L」優先権当<br>日本献(3<br>文献(5<br>「O」口頭によ | のカテゴリー<br>車のある文献ではなく、一般的技術水準を示す<br>質日前の出願または特許であるが、国際出願日<br>公表されたもの<br>上張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行<br>くは他の特別な理由を確立するために引用する<br>理由を付す)<br>よる開示、使用、展示等に言及する文献<br>質日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 | の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表さ出願と矛盾するものではなく、発の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当の新規性又は進歩性がないと考え 「Y」特に関連のある文献であって、当上の文献との、当業者にとって自よって進歩性がないと考えられる 「&」同一パテントファミリー文献 | 明の原理又は理論<br>新該文献のみで発明<br>られるもの<br>「該文献と他の1以<br>明である組合せに |
| 国際調査を完了  | 了した日 14.07.2004  | 国際調査報告の発送日 27.7.20  | 004   |
| 日本国  | D名称及びあて先<br>国特許庁 (ISA/JP)<br>郵便番号100-8915  | 特許庁審査官(権限のある職員)<br>小川 武   | 4 K 9 2 7 0   |
|  | 第千代田区霞が関三丁目4番3号  | 電話番号 03-3581-1101   | 内線 3435   |

| C (続き).         | 関連すると認められる文献  |                  |  |  |
|-----------------|---|------------------|--|--|
| 引用文献の<br>カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示   | 関連する<br>請求の範囲の番号 |  |  |
| A<br>A          | JP 2001-071037 A(松下電器産業株式会社) 2001.03.21 第5欄第2行<br>〜第6欄第26行 (ファミリーなし)<br>JP 60-149751 A(アイティーティー・インダストリーズ・インコー<br>ポレーテッド) 1985.08.07 第3頁左上欄第8行〜右上欄第14行 第7<br>頁左上欄第4-11行&BR 8404599 A&AU 8433100 A&EP 139168 A 第4 | 2, 3             |  |  |
|                 | 頁25年 1  |                  |  |  |
|                 |   |                  |  |  |
|                 |   |                  |  |  |
|                 |   |                  |  |  |
|                 |   |                  |  |  |
|                 |   |                  |  |  |
|                 |   |                  |  |  |
|                 |   |                  |  |  |

### <調査の対象について>

請求の範囲1-7は、あらゆる「引き抜き加工」を包含するものであるが、PCT第5条の意味において開示されているのは、明細書第2頁7行にいう「特定の引き抜き加工」、即ち明細書第2頁第26行~第3頁第14行に記載された特定の「引き抜き加工」のみであり、PCT第6条の意味での裏付けを欠いている。

よって、調査は、明細書に裏付けられ、開示されている範囲、すなわち、明細書に具体的に記載されている、明細書第2頁第26行~第3頁第14行に記載された特定の「引き抜き加工」について行った。